

DERWENT-ACC-NO: 1989-244332

DERWENT-WEEK: 198934

not  
independent

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Prod. of large grain ammonium sulphate granules -  
involves sieving crystals obtd. from crystallisation  
process and adding fine particles to soln. as seed  
crystals

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON STEEL CORP[YAWA]

PRIORITY-DATA: 1987JP-0335927 (December 30, 1987)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 01176214 A	July 12, 1989	N/A	004	N/A
JP 92048730 B	August 7, 1992	N/A	004	C01C 001/248

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 01176214A	N/A	1987JP-0335927	December 30, 1987
JP 92048730B	N/A	1987JP-0335927	December 30, 1987
JP 92048730B	Based on	JP 1176214	N/A

INT-CL (IPC): C01C001/24, C01C001/248

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 01176214A

BASIC-ABSTRACT:

Granular ammonium sulphate is produced by introducing ammonium sulphate soln. to a crystallisation can. Fine grain crystals obtd. after sieving prod. ammonium sulphate, are added as seed crystals to promote growth of the grains. The addition amt. of the seed crystals and extn. amt. of ammonium sulphate produced are controlled based on the estimated number of crystallisation grains. Granular ammonium sulphate of desired grain size is obtd. The crystallisation grain number in the can is estimated by the total vol. of crystal grain and average grain dia. of ammonium sulphate prod. The total vol. of crystal grain is obtd. from the difference of pressure of liq. depth in the can.

ADVANTAGE - Large grain ammonium sulphate is produced with a good yield by equalising grain size distribution of the crystals.

CHOSEN-DRAWING: Dwg. 0/0

TITLE-TERMS: PRODUCE GRAIN AMMONIUM SULPHATE GRANULE SIEVE CRYSTAL  
OBTAIN

CRYSTAL PROCESS ADD FINE PARTICLE SOLUTION SEED CRYSTAL

DERWENT-CLASS: C04 E35

CPI-CODES: C05-C01; C05-C05; C12-M11D; E11-R01B; E32-A03;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M2 \*01\*

Fragmentation Code

C108 C316 C500 C540 C730 C801 C802 C804 M411 M720

M903 M904 M910 N104 R032

Specific Compounds

01786P

Registry Numbers

1704X 1724X 1711X 1714X 89290

Chemical Indexing M3 \*01\*

Fragmentation Code

C108 C316 C500 C540 C730 C801 C802 C804 M411 M720

M903 M904 M910 N104 R032

Specific Compounds

01786P

Registry Numbers

1704X 1724X 1711X 1714X 89290

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1786P

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1989-108782

## ⑫ 公開特許公報(A)

平1-176214

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)7月12日

C 01 C 1/24

A-6750-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 粒状硫安の製造方法

⑯ 特 願 昭62-335927

⑰ 出 願 昭62(1987)12月30日

⑱ 発 明 者 堀 部 和 義 愛知県東海市東海町5-3 新日本製鐵株式会社名古屋製鐵所内

⑲ 発 明 者 真 子 嘉 朗 愛知県東海市東海町5-3 新日本製鐵株式会社名古屋製鐵所内

⑳ 出 願 人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 三浦 祐治

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

粒状硫安の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

硫安溶液を晶析缶に導入して粒状硫安を製造する方法において、結晶缶内に製品硫安を篩分した後の細粒結晶を種結晶として添加し、成長を促進させると共に、缶内液深の圧力差で求めた結晶粒子総体積と成品硫安の平均粒径から缶内の晶析粒子数を推定し、この推定粒子数を基準として前記種結晶の添加量と成品硫安の拔出し量を制御して所望の粒度を得ることを特徴とした粒状硫安の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粒状硫安の製造方法に関するものである。

(従来の技術)

従来よりコークス炉ガスに含有されているアンモニアを硫酸水溶液と接触させて硫安を製造する

ことが行われているが、近年肥料として使用する場合に大きい結晶の硫安が要求されるようになった。

このような技術としては、例えば特開昭59-78924号公報に示される様に、結晶缶の下部から所定粒度以上の硫安結晶を主体とする下部スラリーを抜き出すと共に結晶缶の上部から所定粒度以下の硫安結晶を主体とする上部スラリーを抜き出し、下部スラリーはその母液を遠心分離して硫安結晶を取り出すと共に母液を結晶缶に戻し、また上部スラリーは加熱後、上記硫安溶液を混合することにより、微細結晶の一部を再溶解して結晶缶に循環させる方法がある。

(発明が解決しようとする問題点)

上記に示す様な造粒装置の運転は、通常結晶缶内の粒子総体積を一定となる様に結晶の拔出しを行う為、結晶粒子が成長するに従い結晶粒子数が減少し、缶内全体の結晶表面積が大幅に減少する。この為粒子が成長のピークに達するにつれて、濃縮される硫安分を缶内の結晶で吸収することが出

来なくなり、過飽和が進んで微結晶を大量に発生する。

更に、微結晶が大量に発生した後では缶内の結晶粒子数も多く全体の結晶表面積も急増する為、成長に使用される硫安分が分散され、粒子1個の成長速度は低下する。このため、所定の粒度の硫安結晶を安定して生産することが困難となっている。本発明は、目的とする所定粒度の硫安を歩留よく製造することのできる方法を提供するものである。

(問題点を解決するための手段及び作用)

本発明の構成は、硫安溶液を晶析缶に導入して粒状硫安を製造する方法において、結晶缶内に製品硫安を篩分した後の細粒結晶を種結晶として添加し、成長を促進させると共に、缶内液深の圧力差で求めた結晶粒子総体積と成品硫安の平均粒径から缶内の晶析粒子数を推定し、この推定粒子数を基準として前記種結晶の添加量と成品硫安の抜き出し量を制御して所望の粒度を得ることを特徴とした粒状硫安の製造方法である。

て輝度の違いから粒子を分離、判別し平均粒子径を求める。

(iii) オンラインで製品硫安の一部を抜き出し、画像処理装置、粒度測定機等で平均粒子径を求める。等である。

この様にして求めた平均粒子径に下記の(四)式のようにならかじめ液深度方向の缶内の粒子分級係数を掛算して缶内の液深度方向での平均粒子径を推定することが出来る。

$$d_{hl} = \bar{d} \times k_{hl} \quad \dots (2)$$

$\bar{d}$  : 成品平均粒子径、 $d_{hl}$  : 任意の $\Delta h_i$ 間での推定平均粒子径、 $k_{hl}$  : 任意の $\Delta h_i$ における成品粒度との相関を示す係数

従って、缶内の晶析粒子数は、下記の(三)式で推定出来る。缶内粒子数は任意の液深 $\Delta h_i$ 毎に分割された容積中の粒子数の和 $N$ であり

$$N = V_{s,i} / \left( \frac{\pi}{6} d_{hl}^3 \right) \quad \dots (3)$$

$V_{s,i}$  : 任意の液深 $\Delta h_i$ 間の粒子体積、 $d_{hl}$  : 任意の液深 $\Delta h_i$ 間の粒子径

即ち、硫安溶液は減圧蒸発等による濃縮装置を備えた結晶缶に装入され硫安結晶を析出させる。この結晶缶は、缶内に硫安粒子の分級機構を備えており、粒子の滞留時間3~10時間、缶内スラリー濃度10~50%、缶内温度40℃以上で運転され、下部から所定粒度以上の硫安結晶が抜き出される様な条件で運転される。

結晶缶内の粒子体積 $V_{s,i}$ は、下記の(四)式で示される。

$$V_{s,i} = V \cdot \left( \frac{\Delta P}{\Delta h} - \rho_s \right) / (\rho_s - \rho_l) \quad \dots (4)$$

$\Delta h$  : 缶液深差、 $\Delta P$  :  $\Delta h_i$ 間の圧力差、

$V$  :  $\Delta h_i$ 間の容積、 $\rho_s$  : 液密度、 $\rho_l$  :

粒子密度

一方、成品硫安の平均粒径については、以下の方法によって容易に求めることができる。

(i) 製品を定期的にサンプリングして、粒度測定機等で平均粒子径を求める。

(ii) ベルトコンベア上で画像処理装置等を用い

缶内粒子数は装置形状及び生産量を考慮すると最適値が存在する為、それを $K$ とすると、以下の条件で缶内粒子数を制御する。

$N - K \geq 0$  の時 : 缶内結晶数が多すぎる判断し、結晶抜き出し量を増加する。

$N - K < 0$  の時 : 結晶抜き出し量を平均生産量に調整、缶内結晶数の減少代を種結晶(微細結晶)の添加で補充。

本発明は、このようにして得られた粒子数を、種結晶の添加、及び結晶抜き出し量の調整により上記に示すように生産量に対応した最適缶内粒子数に制御して、粒度の向上安定化を図ることができるものである。

尚、粒子数調整用の種結晶は製品硫安結晶を製品に篩分けした後の細粒結晶を用いるものである。(実施例)

第1図は本発明の実施例における粒状硫安の製造設備の系統図を示し、この第1図において、晶析装置は結晶成長を促進する結晶缶1と結晶成長

に必要な過飽和分を発生させる真空蒸発缶2とからなり、結晶缶1上部より抜き出された液は循環ポンプ3によって連続的に真空蒸発缶2に送られる。真空蒸発缶2では循環液の濃縮が行われる。過飽和となった循環液は結晶缶1中央に設けられた下降管4を流下して結晶缶1下部へ送られ、結晶缶1内を上昇する。このとき、この循環液は結晶缶1内の結晶粒子を成長させ、循環液自身は逐次濃度を低下させて結晶缶1内上部へと進む。そして再び循環ポンプ3によって真空蒸発缶2に送られる。結晶の析出に必要な供給液は溶解槽5で適当な濃度に調整され、循環液と共に真空蒸発缶2に連続導入される。成長した結晶粒子は沈降し、結晶缶底部よりポンプ6で抜き出され、脱水機7、乾燥機8を経て、ベルトコンベア上のオンラインで製品硫酸の一部を抜き出し、画像処理装置で平均粒子径を求めた粒度測定装置9で平均粒度を測定し、次の振動篩10で所定の製品粒度に篩い分けられ、篩下は定量輸送装置により種結晶として結晶缶1へ返送し添加した。

結晶最適値数(K)を $6 \times 10^7$ とし、製品抜き出し量の増加代は生産負荷量の20wt%以内で調整し、種結晶添加量は同じく生産負荷量の1～1.0wt%の範囲で調整した。また、結晶缶1内粒子数については $(5 \sim 7) \times 10^7$ の範囲で制御した。

粒子数制御による効果を第3図に示したように、比較例に比べ本実施例では大粒化して粒度分布が安定し、14メッシュの振動篩10における成品歩留は15～20%程度増加した。

(発明の効果)

以上詳細に説明した如く本発明法によれば、結晶缶内の晶析粒子数を推定し、この推定粒子数を基準として種結晶を添加して制御するようにしたから、結晶の粒度分布を均一にして所望の大粒硫酸を高い歩留で生産することができる優れた発明である。

#### 4. 図面の簡単な説明

各図は実施例図で、第1図は製造設備の系統図、第2図は経過時間と結晶数の関係図、第3図は経

このような製造設備において、アンモニア飽和器でコークス炉ガスを硫酸含有液と接触させて得られたスラリーから粗硫酸粉末を得、この粗硫酸粉末を溶解槽5で再溶解し、安水でpH調整をして得られたpH6、硫酸濃度4.1wt%の硫酸溶液にして結晶造粒を行った。

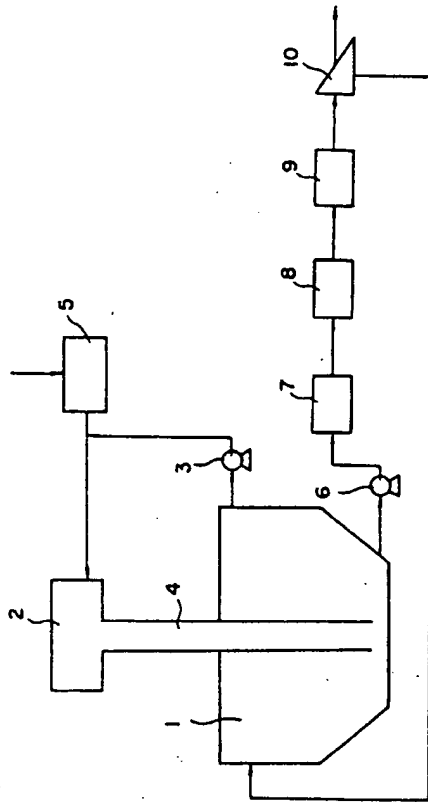
結晶缶1の造粒条件としては、結晶の滞留時間を5～8時間、缶内粒子濃度を20～30vol%、缶内濃度を45～50℃、缶内の遊離酸分を3～4%で行った。

得られた粒状硫酸の平均粒度を粒度測定装置9で測定すると共に、任意の液深度毎の圧力差を測定して(1)式によって結晶缶内の粒子体積を求め、(2)式によって缶内の液深方向での平均粒径を推定し、缶内の晶析粒子数を(3)式で推算した。その推定粒子数の変動にあわせ、粒子数増加時には製品抜き出し量をポンプ6で増加調整し、粒子数減少時には振動篩10の篩下成品を種結晶として添加量を調整して結晶缶1内の推定粒子数を制御した。第2図は各々の調整タイミングを示したもので、

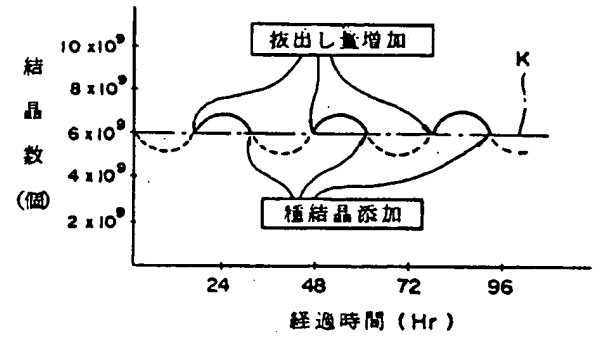
過時間と篩上歩留の関係図である。

1…結晶缶、2…真空蒸発缶、3…循環ポンプ、4…下降管、5…溶解槽、6…製品抜き出しポンプ、7…脱水機、8…乾燥機、9…粒度測定装置、10…振動篩。

第1図



第2図



第3図

